

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number 2000191957 A

(43) Date of publication of application: 11 . 07 . 00

(51) Int CI

C09D 5/32 B05D 5/06

C09D183/04 C09K 3/00

G02B 5/22 // C08J 7/04

(21) Application number: 10366433 (22) Date of filing 24 . 12 . 98

(71) Applicant

SUMITOMO METAL MINING CO LTD SHOWA TECHNO COAT KK

(72) Inventor:

TANAKA HIROYUKI KUNO HIROKO ADACHI KENJI **BDA SHIGEKI** 

(54) COATING LIQUID FOR FORMING FILM FOR SHIELDING HEAT RAYS AND ULTRAVIOLET LIGHT AND FILM USING THE SAME, SUBSTRATE

isocyano group in the presence of a catalyst.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

(57) Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject coating liquid capable of being applied to transparent substrates and capable of forming coating films at an ordinary temperature by adding a curable UV light absorbent as a UV light-shielding material

SOLUTION: This coating liquid for forming films for shielding heat rays and Ultraviolet light comprises (A) a near IR light-shielding material, (B) a curable UV light absorbent, (C) a diluent and (D) a curing catalyst. Therein, the component A is particles having an average particle diameter of \$100 nm, and comprises one or more of ruthenium-containing oxides, iridiumcontaining oxides and rhodium-containing oxides. The component B contains at least a curable UV light absorbent of the formula (X is an alkoxy group, such as methoxy group or ethoxy group, capable of being hydrolyzed to produce an silanol, R is a 1-3C alkylene 2,2',4,4'obtained by reacting group) tetrahydrobenzophenone with an alkoxysilane having an

## (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公閱番号 特期2000-191957 (P2000-191957A)

(43)公開日 平成12年7月11日(2000.7.11)

			審查請求	未辦求	請以	表項の数 6	OL	(全 7 頁)	最終頁に続く
		105						105	
C09K	3/00	104		C 0 9	) K.	3/00			4,7000
C09D 18	83/04							104A	4 J 0 3 8
				Cno	a ro	183/04			4F006
	5/06			B 0 5	D	5/06		A	4 D O 7 5
C09D	5/32			C 0 9	D	5/32			2H048
(51) Int.Cl.'		徽別記号		FΙ					テーマコード(参考)
									ニーファート* (株分

(21)出障番号

特願平10-366433

(22)出顧日

平成10年12月24日(1998.12.24)

(71)出版人 000183303

件友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋 5丁目11番 3号

(71)出版人 591046294

昭和テクノコート株式会社 東京都千代田区東神田2丁目8番4号

(72)発明者 田中 裕之

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

(72)発明者 久野 裕子

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

最終頁に続く

## (54) 【発明の名称】 熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液及びこれを用いた膜、基材

## (57)【要約】

【課題】 常温での塗膜形成が可能で、熱線・紫外線遮 蔵能が高く、紫外線吸収剤のブリードアウトのない熱線 ・紫外線連蔽膜を提供する。

【解決手段】 含Ru酸化物、含Ir酸化物、または、 含Rh酸化物のうちの1種以上からなる平均粒径100 nm以下の微粒子の近赤外光遮蔽材料と、2、2'、 4、41-テトラヒドロキシベンソフェノンと、イソシ アノ基をもつアルコキシシランとを触媒の存在下で反応 させて得られる硬化性紫外線吸収剤と、希釈溶媒、及 び、硬化触媒を含有した、常温で硬化可能な熱線・紫外 線遮蔽障形成用塗布液。また、これを基材に塗布し、硬 化させた遮蔽膜、これを用いた基材。

【特許請求の範囲】 [請求項 ] 〕 近赤外光遮蔽材料、硬化性紫外線吸収 剤、希釈溶媒、及び、硬化触媒を含有した、常温で硬化 可能な熱線・紫外線進蔽膜形成用塗布液であって、該近 赤外光遮蔽材料は、含ルテニウム酸化物、含イリジウム 酸化物、または、含ロジウム酸化物のうちの1種以上か らなる平均粒径100 n m以下の微粒子であり、該硬化\* \*性紫外線吸収剤は、2、2′、4、4′ーテトラヒドロキ シベンゾフェノンと、イソシアノ基をもつアルコキシシ ランとを触媒の存在下で反応させて得られた一般式1で 示される硬化性紫外線吸収剤を少なくとも含む熱線・紫 外線遮蔽膜形成用塗布液。

[{£1]

但し、一般式1中の、Xは、メトキシ基、エトキシ基、 プロポキシ基、ブトキシ基等の加水分解によってシラノ ールを生じるアルコキシル基を示し、Rは、炭素数1~ 3のアルキレン鎖を示す。

【請求項2】 硬化性紫外線吸収剤の含有量が0、5~ 53wt%である請求項1に記載の熱線・紫外線遮蔽膜 形成用塗布液。

【請求項3】 平均粒径が100nm以下のCeO<sub>2</sub>、 ZnO、Fe,O,、FeOOH微粒子のうちの1種以上 からなる無機紫外線遮蔽成分を含有する請求項1または 20 請求項2に記載の熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液。

【請求項4】 固形分として更にアクリル樹脂、または /及び、コロイダルシリカを含む請求項1~請求項3の いずれかに記載の熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液。 【請求項5】 請求項1~請求項4のいずれかに記載の

熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を基材に塗布し、硬化 させてなる熱線・紫外線遮蔽膜。

【請求項6】 請求項5に記載の熱線・紫外線遮蔽膜が 形成された基材。

【発明の詳細な説明】

[0001]

[発明の属する技術分野] 本発明は、ガラス、プラスチ ック、その他熱線・紫外線遮蔽機能を必要とする基材に 用いられる熱線・紫外線進蔵材料に関し、より詳しく は、太陽光線の特定の波長を選択的に吸収または反射す る成分を含み、常温硬化が可能である熱線・紫外線遮蔽 膜形成用塗布液、これを用いて形成した熱線・紫外線遮 蔵膜、及び、これを用いた基材に関する。

[0002]

【従来の技術】太陽光線は、近赤外線(熱線)、可視光 40 的でなかった。 線、紫外線の3つに大きく分けられる。このうち、長波 長領域の近赤外線は熱エネルギーとして人体に感じる光 であり、室内、車内の温度上昇の原因となる。また、短 波長領域の紫外線は、日焼け、しみ、発癌、視力障害な と人体へ悪影響を及ぼす原因となり、また、物品の機械 的強度の低下、色褪せ等の外観の劣化、食品の劣化、EII 創物の色調の低下なども引き起こす。

【0003】透明基材上に形成して、これらの不要、有 害な近赤外線、紫外線を遮蔽し、可視光のみを透過する 熱線・紫外線遮蔽材料には、資金属(Au.Ag)、銅 50 【0009】酸化ルテニウム、酸化イリジウム、酸化口

(Cu)、窒化チタン(TīN)、アルミニウム(A 1)などの伝導電子を多量にもつ材料を応用した熱線・ 紫外線遮蔽膜が従来より用いられていた。

【0004】しかし、これらの材料は、近赤外線だけで なく可視光領域の光も同時に反射もしくは吸収する性質 があり、可視光透過率が低く、建材、乗り物、電話ボッ クス等の透明基材にこれらの材料を利用する場合は可視 光領域の透過率を高くするために膜厚を非常に薄くする 必要があった。

【0005】通常これらの材料を用いた薄膜の形成には スパッタリング法や蒸着法が利用されるが、これらの方 法では大がかりな真空装置を必要とするため生産性に劣 り、膜の製造コストが高くなった。また、大面積の成膜 が困難であった。

【0006】一方、熱線・紫外線遮蔽材料を含有する塗 布液を用いて熱線・紫外線遮蔽膜を基材上に形成すると とで、簡単かつ低コストで熱線・紫外線遮蔽機能をもた せた基材を製造することができる。この場合、例えば、 光の波長よりも1桁以上微細な微粒子を分散した塗布液 30 の製造が試みられているが、上記従来の金属材料では微 粒子化による酸化が問題となった。また、Auではコス

トが高くなった。 【0007】可視光透過率が高く、かつ熱線遮蔽機能を もつ材料として、アンチモン含有酸化鋁(ATO)や錫 含有酸化インジウム (ITO) などが知られている。こ れを微細化して塗布液とすることも行われているが、近 赤外光の遮蔽能はあまり大きくなく、十分な熱線遮蔽効 果を得るためには多量の添加が必要であり、コストが高 くなった。また膜強度が大きく低下してしまうため実用

【0008】また、建築物の窓や自動車の窓ガラスな と、既に使用されている基材に対しても熱線・紫外線遮 荔材料を含有する塗布液を用いて熱線・紫外線遮蔽膜を 形成し、熱線・紫外線遮蔽機能をもたせる場合、常温で 硬化が可能であれば、特別な装置を準備する必要がなく 有利である。このように塗布液が常温硬化可能であっ て、かつ熱線及び紫外線を遮蔽する膜が形成できれば応 用が広がるが、そのような塗布液は知られていなかっ tc.

ジウムなどは紫外線領域に吸収をもち、かつ自由電子を 多量に保有する酸化物材料である。これら材料は、微粒 子化することで可視光の透過性をもたせることが可能 で、熱線・紫外線遮蔽材料として利用可能なことが知ら れている(特開平9-302284号公報)。これらの 材料は近赤外線と紫外線の遮蔽能をもつか、紫外線の吸 収は比較的小さく、十分な紫外線吸収能をもたせようと すると可視光透過率まで低下してしまった。

【0010】有機紫外線吸収剤には、短波長領域の紫外 線を効率よく吸収する透明材料として、ヘンゾフェノン 10 やベンゾトリアゾールなどが知られている。これらの紫 外線吸収剤は単独で塗膜を形成することができず、通常 添加剤として用いられる。これら従来の紫外線吸収剤は 長期間使用すると蒸散などが起こり、基材の紫外線遮蔽 能が劣化する問題があった。このため基村の紫外線遮蔽 能を長時間持続させるためには紫外線吸収剤を多量に使 用することが必要であるが、そうすると紫外線吸収剤が 表面にしみ出したり(以下、「ブリードアウト」とい う。)、基材に曇りが生じたりするため、塗膜形成の目 的に対しては実用化の障害となっていた。

[0011]

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、上記 従来技術の問題点を解決し、透明基材に応用でき、常温 での塗膜形成が可能な熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液 及びこれを用いて形成される、熱線・紫外線遮蔽能が高米

\* く、紫外線吸収剤のブリードアウトのない熱線・紫外線 遮蔽膜を提供することを目的とする。

[0012]

【課題を解決するための手段】発明者らは上記従来の問 題点を解決するため、近赤外光連載材料として自由電子 を多量に保有する含ルテニウム酸化物微粒子、含イリジ ウム酸化物微粒子、含ロシウム酸化物微粒子に着目し、 さらに紫外線遮蔽材料として硬化性紫外線吸収剤を含む 組成物を合成し、これらを含む熱線・紫外線遮蔽膜形成 用塗布液及び熱線・紫外線遮蔽膜を発明するに至った。 【0013】すなわち本願の請求項1の熱線・紫外線遮 蔵膜形成用塗布液は、近赤外光遮蔽材料、硬化性紫外線

吸収剤、希釈溶媒、及び、硬化触媒を含有した、常温で 硬化可能な熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液であって、 該近赤外光遮蔽材料は、含ルテニウム酸化物、含イリジ ウム酸化物、または、含ロジウム酸化物のうちの1種以 上からなる平均粒径100nm以下の微粒子であり、該 硬化性紫外線吸収剤は、2、2′、4、4′ーテトラヒド ロキシベンゾフェノンと、イソシアノ基をもつアルコキ 20 シシランとを触媒の存在下で反応させて得られた一般式 1 で示される硬化性紫外線吸収剤を少なくとも含むこと を特徴とする。

[0014]

[11:2]

但し、一般式 1 中の、Xは、メトキシ基、エトキシ基、 プロポキシ基、ブトキシ基等の加水分解によってシラノ 30 【0020】 ールを生じるアルコキシル基を示し、Rは、炭素数 l ~ 3のアルキレン鎖を示す。

【0015】また、本願の請求項2の熱線・紫外線遮蔽 膝形成用塗布液は、上記構成で更に、硬化性紫外線吸収 剤の含有量が0.5~53wt%であることを特徴とす

【0016】また、本願の請求項3の熱線・紫外線遮蔽 膜形成用塗布液は、上記いずれかの構成で更に、平均粒 僅が100nm以下のCeO,、ZnO、Fe,O,、F e O O H 微粒子のうちの 1種以上からなる無機紫外線遮 40 蔵成分を含有することを特徴とする。

【0017】また、本願の請求項4の熱線・紫外線遮蔽 膜形成用塗布液は、上記いずれかの構成で更に、固形分 としてアクリル樹脂、または/及び、コロイダルシリカ を含むことを特徴とする。

【0018】また、本願の請求項5の熱線・紫外線遮蔽 難は、上記いずれかの熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液 を基材に塗布し、硬化させてなることを特徴とする。

【0019】また、本願の請求項6の基材は、本願の請 求項5に記載の熱線・紫外線遮蔽膜が形成されたことを 50 【0022】上記の微粒子は金属的電気伝導性を示す黒

特徴とする。

[発明の実施の形態] 本発明における近赤外光遮蔽材料 としての含ルテニウム酸化物微粒子、含イリジウム酸化 物微粒子、含ロジウム酸化物微粒子には、二酸化ルテニ ウム(R u O₂)、二酸化イリジウム(I r O₂)、二酸 化ロジウム (RhOょ) の他、ルテニウム酸ビスマス (Bi,Ru,O,)、ルテニウム酸鉛(Pb,Ru <sub>2</sub>O<sub>4-3</sub>)、イリジウム酸ビスマス(B i 2 l г 2O₂). イリジウム酸鉛 (Pb, Lr,〇, ,) なども含まれるも のとし、これらに限定されるものではない。また、上記 の含ルテニウム酸化物微粒子、含イリジウム酸化物微粒 子、含ロジウム酸化物微粒子は、単独でも、あるいは2

種以上が混合されてもよい。 【0021】いずれの材料の場合もその平均粒径が10 O n m以下の微粒子であることが必要である。平均粒径 が100mmを超えると微粒子同士の凝集傾向が強くな り、塗布液中の微粒子の沈降の原因となるからである。 また、100mmを超える粒子もしくはそれらの凝集し た粗大粒子の存在は、それによる光軟乱により可視光透 過率低下の原因となるので好ましくない。

色粉末である。粒径100nm以下の微粒子として薄膜 中に分散した状態では可視光透過性が生ずるが、近赤外 連姦能は十分強く保持できる。

【0023】本発明における硬化性紫外線吸収剤は、 2、2、4、4・-テトラヒドロキシヘンゾフェノン と、ァーイソシアネートプロビルトリメトキシシランや γ-イソシアネートプロビルトリエトキシシラン等のイ ソシアノ基をもつアルコキシシランとを、ジブチルスズ\*

\* ジラウレート、ジブチルスズジオクトエート、ジオクチ ルスズジラウレート等の触媒の存在下で反応させて台成 される反応物で、一般式1で表される。式中、Xは、メ トキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、プトキシ基等の 加水分解によってシラノールを生じるアルコキシル基を 示し、Rは炭素数1~3のアルキレン鎖を示す。 [0024]

6

[(£3]

との硬化性紫外線吸収剤は、分子内にベンゾフェノン系 の骨格をもち、これが紫外線の吸収に寄与する。また、 分子端のアルコキシル基は加水分解して反応性の高いシ ラノールを生じこれが縮合重合することによって自身で 高分子化、あるいは他のバインダー成分と結合する。な お、この硬化性紫外線吸収剤はアルコキシル基が加水分 解し、シラノールが縮合重合したオリゴマーの形態でも 存在しうる。

はこの硬化性紫外線吸収剤を少なくとも一種類含有する ものであるが、その硬化は硬化性紫外線吸収剤のアルコ シキル基の加水分解とそれに続くシラノールの縮合重合 による高分子化によって起こり、他のバインダー成分は 必須ではない。とのように紫外線吸収剤自体が重合し堅 牢な塗膜を形成するため紫外線吸収剤のブリードアウト はない。

【0026】また、この硬化性紫外線吸収剤には湿気硬 化性があるが、常温での硬化速度を実用的なものとする ために熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液には硬化触媒の 30 添加が必須である。硬化触媒としてはパラトルエンスル ホン酸などの一般的な酸触媒が用いられる。

【0027】熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液中の希釈 裕媒は特に限定されるものではなく、塗布条件や、塗布 環境、塗布液中の固形分の種類に合わせて選択可能であ る。例えば、メタノール、エタノール、イソブチルアル コール等のアルコール類、エチレングリコールモノメチ ルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル等 のエーテルアルコール類、酢酸メチル、酢酸エチル等の エステル類、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等 40 のケトン類など各種溶媒が使用可能である。用途によっ て2種以上の溶媒を組み合わせて使用しても良い。

【0028】熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液中の硬化 性紫外線吸収剤を含む合成物の含有量は、通常は、12 ~53wt%であることが望ましい。含有量が12wt %以下であると塗布硬化して得られる熱線・紫外線遮蔽 腰の紫外線遮蔽能が低く、53wt%を超えるとその他 の固形分を添加しない場合でも塗布液の粘度が上昇し塗 布性が悪化するからである。

○○日などの無機紫外線吸収剤と併用して用いる場合は 塗布液中の濃度はこれより低くても良く、0.5~12 w t %の添加濃度でも充分実用性のある熱線・紫外線遮 磁膜形成用塗布液として使用可能である。

【0030】また、熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液中 の固形分として、アクリル樹脂、ウレタン樹脂等の有機 樹脂、コロイダルシリカ、AL₂Ο,、TiO₂、ZrО₂ 等の無機超微粒子、種々のシランカップリング剤等を1 【0025】本発明の熱線・紫外線遮蔽線形成用塗布液 20 種以上添加してもよい。これによって塗布液の塗布性の 改良、塗布膜の硬度の改良、基材への密着力の改良など が成される。

【0031】本発明の熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液 を、ガラス、プラスチック板、フィルムなどの基材に塗 布し常温で硬化させることによって基材上に長期間安定 な紫外線遮蔽能をもつ熱線・紫外線遮蔽膜を形成すると

とができる。 [0032] 熱線、紫外線遮蔽膜形成用塗布液の塗布方 法は特に限定されるものではなく、スピンコート法、ス プレーコート法、ディップコート法、スクリーン印刷

法、布や劇毛による方法等、処理液を平坦にかつ薄く均 一に塗布できる方法であればいかなる方法でもよい。基 材上に形成された熱線・紫外線遮蔽膜は基材に長期間安 定な熱線・紫外線遮蔽機能を付与するとともに、基材そ のものの紫外線による劣化を抑制する。

【0033】とのようにして熱線・紫外線遮蔽膜が形成 された基材は長期間安定な熱線・紫外線遮蔽機能を有す

[0034]

【実施例】以下に実施例を示して本発明を更に詳細に説 囲する.

【0035】実施例1 · · · 酸化ルテニウム (Ru O<sub>1</sub>) 微粒子 (平均粒径30 nm) 15 g、N-メチル - 2 - ピロリドン (NMP) 2 3 g、ジアセトンアルコ ール (DAA) 14g、メチルエチルケトン47、5 g、及びチタネート系カップリング剤0.5gを混合 し、直径4mmのジルコニアボールを用いて100時間 のボールミル混合を行い酸化ルテニウムの分散液100 gを作成した(A液)。

[0029]但し、ZnO、CeO<sub>1</sub>、Fe<sub>1</sub>O<sub>1</sub>、Fe<sub>2</sub> 50 [0036]次化、2、2、4、4 ーテトラヒドロキ

シベンゾフェノン57gとァーイソシアネートプロビル トリエトキシシラン77gをビーカーにとり、ジブチル スズジラウレートを1g加えてメカニカルスターラーで 混合攪拌を行った。発熱反応が起こるがそのまま約1時 間放置冷却し、目的の反応性紫外線吸収剤を含む赤褐 色. 高粘度の液を得た(合成液1)。

[0037]次に、13.5qの合成被1と13.1g のエタノールを混合攪拌し、均一に溶解した。さらに溶 媒としてエチレングリコールモノメチルエーテル46. 4gとエチレングリコールモノブチルエーテル25g、 硬化触媒としてパラトルエンスルホン酸(一水和物) 4gを加えて混合攪拌した。さらにA液を1.6g 加えて混合攪拌し、熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を 得た。塗布液の固形分は14.1wt%、酸化ルテニウ ムの含有量は0.24wt%、合成液1の含有量は1 3. 5 w t % である。

【0038】この塗布液中には合成液1以外の硬化成分 は含まれていないが、常温で硬化可能であった。すなわ **ち合成液1は化学式1の分子端のアルコキシル基の加水** ととがわかる。

【0039】この熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を3 mmのソーダライム系ガラス基板上にバーコーターを用 いて塗布し、常温で硬化して塗布膜を得た。塗布膜の透 過率を日立製作所製の分光光度計を用いて測定し、JI S R 3106に従って可視光透過率(τv)、熱線・ \*

\*紫外線透過率 (re) を、ISO 9050に従って紫外 線透過率(τuv)を算出した。塗布硬化してから常温の 室内に放置し、30日後に膜表面の観察を行ってブリー ドアウトの有無を調べた。またテーバー摩耗試験機で摩 耗輪CS12fを用いて荷重250g、50回転の摩耗 試験を行い、試験前後のヘイズの変化量(△H)で膜の 歴耗強度を評価した。

8

【0040】指触乾燥までの硬化時間は40分であっ た。 t viは77. 1%、 t elは69. 3%であり、可視光 10 透過性があり、近赤外光の連蔽能があることがわかっ た。 τ uvは 0.04%であり紫外光の遮蔽能も優れてい

【0041】30日後の膜面にブリードアウトは観察さ れなかった。すなわち上記塗布板は化学式 1 で示される ように、ベンゾフェノン骨格がイソシアノ基をもつアル コキシシランと酸素原子を介して結合しているために、 紫外線吸収能を有するベンゾフェノン骨格がバインダー 中に安定化してブリードアウトを抑制したものである。 【0042】爪では全く傷がつかない強固な膜が形成さ 分解、それに続く縮合重合により常温硬化性を発現した 20 れており、テーパー摩耗試験によるヘイズの劣化△Hは 18%という値となった。評価結果を表1にまとめて示 す。以下の実施例、比較例でも同様の評価を行い、結果 を表1に示す。

[0043] 【表1】

	差布液の組成(wt%)			光学特性 (%)			膜強度	フ・リート・	祭	考
	四形分	合成液	RuO:	TV	те	Tuv	ΔH(%)	アウト		
実施例 1	14.1	13.5	0.24	77.1	69.8	0.04	18_	なし		
実施例2	14.2	13.5	0.30	75.0	67.8	0.03	17	なし	B液、化	成液 2 を使
実施例3	10.3	9.0	0.24	78.5	71.1	0.80	21	なし	FeOOH	添加
実施例 4	16.6	12.0	0.21	77.9	70.2	0.11	14	なし	3019"#2	りか様な
		12.0	0.21	77.8	70 1	0.12	22	なし	アクリル樹髯	a 本 200
実施例 5	16.6			90.3	87.1	70.72		-	までラス 基本	ž.
比較例 1		******			-	0.03	30	あり		
比較例 3	10.3	52.5	0.24	78.4	71.2	0.03	30	-	おーにす	色布できない

実施例2 ・・・ 酸化イリジウム(1 r Oz) 微粒子 (平均粒径30nm) 15 g、N -メチルー2-ピロリ ドン (NMP) 23 g. ジアセトンアルコール (DA A) 14g、メチルエチルケトン47.5g、及びチタ ネート系カップリング剤0.5gを混合し、直径4mm のジルコニアボールを用いて100時間のボールミル混 合を行い酸化イリジウムの分散液100gを作成した (B液)。

【0044】2、2'、4、4'-テトラヒドロキシベン ゾフェノン57gとァーイソシアネートプロピルトリメ トキシシラン77gをビーカーにとり、ジブチルスズジ ラウレートを1g加えてメカニカルスターラーで混合機 拌を行った。発熱反応が起こるがそのまま約1時間放置 冷却し、目的の反応性紫外線吸収剤を含む赤褐色、高粘 度の液を得た(合成液2)。

50 [0045]次に、13.5gの合成液2と13.1g

のエタノールを混合機拌し、均一に溶解した。さらに溶 雄としてエチレングリコールモノメチルエーテル46g とエチレングリコールモノブチルエーテル25g.硬化 触媒としてバラトルエンスルホン酸(一水和物)0.4 gを加えて混合撹拌した。さらにB液を2g加えて混合 模拌し、熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を得た。塗布 液の固形分は14 2wt%、酸化イリジウムの含有量 は0.30 w t % 合成被2の含有量は13.5 w t % である。

【0046】この塗布液中には合成液2以外の硬化成分 10 分な紫外線遮蔽能が得られることがわかる。 は含まれていないが、常益で硬化可能であった。すなわ ち合成被2は化学式1の分子端のアルコキシル基の加水 分解。それに続く縮合重合により常温硬化性を発現した ととがわかる。

【0047】この熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を3 mmのソーダライム系ガラス基板上にバーコーターを用 いて途布し、常温で硬化して熱線・紫外線遮蔽膜を得 tc.

[0048]比較例1 · · · 比較のため3mmのソ ーダライム系ガラス基板の tv、 te、 tuvも表 1 に示し 20

【0049】比較例2 ・・・ 紫外線吸収剤として 2, 2', 4, 4'-テトラヒドロキシベンソフェノンを 5g、樹脂バインダーとしてラッカータイプの常温硬化 ウレタン樹脂(溶剤はイソプロピルアルコールで固形分 30%)を16、7g、希釈溶剤としてイソブチルアル コール51.7gとプロビレングリコールモノエチルエ ーテル25gを混合撹拌した。さらにA液を1、6g加 えて混合機拌し、熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を得 た。この塗布液中の固形分は10.3 w t %、酸化ルテ 30 ニウムの含有量は0.24wt%である。また、紫外線 吸収剤の含有量は5 w t%である。

【0050】この熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を3 mmのソーダライム系ガラス基板上にバーコーターを用 いて塗布し、常温で硬化して熱線及び紫外線遮蔽膜を得 tc.

【0051】硬化30日後の観察でブリードアウトが見 られた。これは紫外線吸収剤の2、2'、4、4'-テト ラヒドロキシベンゾフェノンがバインダーと反応する機 構なしにはバインダー中に安定して存在することができ 40 ないことを示すものである。△Hは30%であり膜強度 は弱かった。

【0052】実施例3 · · · 9、0gの合成液1と 8. 7gのエタノールを混合攪拌し、均一に溶解した。 さらに溶媒としてエチレングリコールモノメチルエーテ ル51. 4gとエチレングリコールモノブチルエーテル 25g、硬化触媒としてパラトルエンスルホン酸(一水 和物) 0.3 gを加えて混合攪拌した。さらにA液1. 6 g と無機紫外線吸収剤であるFeOOH微粒子の分散 些外線速器膜形成用塗布液を得た。この塗布液中の固形 分は10.3 w t %. 酸化ルテニウムの含有量は0.2 4wt%、合成被1の含有量は9.0wt%である。 【0053】この熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を3 mmのソーダライム系ガラス基板上にバーコーターを用 いて塗布し、常温で硬化して熱線・紫外線遮蔽膜を得

10

【0054】 τ uvl t 0.30% であり 硬化性紫外線吸 収削の量が少ない場合でも無機紫外線吸収剤の併用で充

[0055]比較例3 · · · 26gの合成被1と1 5gのエタノールを混合し、さらに密媒としてエチレン グリコールモノブチルエーテル7、5g、硬化触媒とし てバラトルエンスルホン酸(一水和物)0.25gを加 えて混合攪拌した。さらにA液を0.8gを加えて混合 攪拌し、熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を得た。 この 徐布蔣中の間形分は53.2 w t %、酸化ルテニウムの 含有量は0.24wt%、合成液1の含有量は52.5 wt%である。

【0056】この熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液は粘 度が高く、3mmのソーダライム系ガラス基板上には均 一に塗布することができなかった。

[0057] 実施例4 · · · 13.5gの合成液1 と13、1gのエタノールを混合攪拌し、均一に溶解し た。さらに溶媒としてエチレングリコールモノメチルエ ーテル44gとエチレングリコールモノブチルエーテル 25g、硬化触媒としてパラトルエンスルホン酸(一水 和物) 0、4gを加えて混合攪拌した。さらにA液1. 6gと日産化学製コロイダルシリカ(榕剤はイソプロビ ルアルコールで固形分30%) 15、0gを加えて混合 機拌し、熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を得た。 この 塗布液中の固形分は16.6 w t %、酸化ルテニウムの 含有量は0.21wt%、合成液1の含有量は12.0 wt%である。

【0058】この熱線・紫外線遮蔽膜形成用塗布液を3 mmのソーダライム系ガラス基板上にバーコーターを用 いて塗布し、常温で硬化して熱線・紫外線遮蔽膜を得 た。△Hは14%でコロイダルシリカの添加によって膜 の摩耗強度が改善された。

【0059】実施例5 · · · 13.5gの硬化性紫 外線吸収剤(合成液1)と13.1gのエタノールを混 合攪拌し、均一に溶解した。さらに溶媒としてエチレン グリコールモノメチルエーテル44gとエチレングリコ ールモノブチルエーテル25g、硬化触媒としてパラト ルエンスルホン酸(一水和物)0、4gを加えて混合機 拌した。さらにA液1.6gとアクリル樹脂をジアセト ンアルコールで加熱溶解した溶液(固形分30wt%) 15.0gを加えて混合攪拌し、熱線・紫外線遮蔽膜形 成用塗布液を得た。この塗布液中の固形分は16.6w 液 (固形分20wt%) を4g加えて混合攪拌し熱線・ 50 t%、酸化ルテニウムの含有量は0.21wt%.合成 液1の含有量は12.0wt%である。

(0060)この熱線・紫外線遮蔽膜形成用途布被を3 mmのソーダライム系ガラス基板上にパーコーターを用いて塗布し、常益で硬化して熱線・紫外線遮蔽膜を得

[0062]

\* 【発明の効果】以上に示されたように、新規の硬化性禁 外級吸収剤を用い、含比テニウム酸化物療性子、含イリ ジウム酸化物液粒子、及び含コジウム酸化物液粒子を添 加するることで、常星で酸化し、紫外線吸収剤のフリー ドアウトが無い熱線・紫外線遮蔽楔を形成できる空布が が現他された。本発明により、基材に長期間安定な熱線 ・紫外線遮蔽機能を顛使な方法で付与することが可能で ある。

12

フロントページの続き

(51)Int.Cl.'

G 0 2 B 5/22

// C 0 8 J 7/04

(72)発明者 足立 健治

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属 鉱山株式会社中央研究所内

識別記号

(72)発明者 飯田 繁樹

東京都千代田区東神田2丁目8番4号 昭和テクノコート株式会社内

F I G 0 2 B 5/22

C 0 8 J 7/04 Z

Fターム(参考) 2H048 CA04 CA05 CA09 CA12 CA13 CA27

4D075 CA25 DA06 DB13 EA21 EB42 EB56 EB57 EC02 EC03 EC07

4F006 AB24 AB54 AB55 BA03 DA04 4J038 CG141 GA01 GA15 HA216

HA446 JA33 KA04 KA06 KA20 MA14 NA19 PA17 PA18 PC03 PC08

テーマコード (参考)